

(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift
(10) DE 43 32 175 A 1

(5) Int. Cl. 6:
B 01 D 65/00
C 12 H 1/06
B 01 D 61/14
G 01 L 19/12

DE 43 32 175 A 1

(21) Aktenzeichen: P 43 32 175.5
(22) Anmeldetag: 22. 9. 93
(43) Offenlegungstag: 23. 3. 95

(71) Anmelder:
Seitz-Filter-Werke GmbH und Co, 55543 Bad Kreuznach, DE

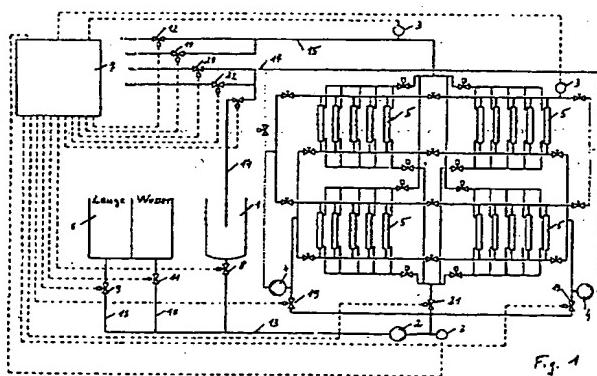
(74) Vertreter:
Fuchs, J., Dipl.-Ing. Dr.-Ing. B.Com.; Luderschmidt, W., Dipl.-Chem. Dr.phil.nat.; Mehler, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Weiß, C., Dipl.-Ing.Univ., Pat.-Anwälte, 65189 Wiesbaden

(72) Erfinder:
Strohm, Gerhard, Dipl.-Oenol. Dipl.-Ing. Dr.agr., 55278 Dexheim, DE; Schnieder, Georg, Dipl.-Ing., 55595 Traisen, DE; Hepp, Wolfgang, 55232 Alzey, DE; Duchek, Paul, Dr.-Ing., 55595 Gutenberg, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Filtration von Flüssigkeiten mittels MF-Modulen

(57) Es wird ein Verfahren zur Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Flüssigkeiten, wie Bier, beschrieben, bei dem der Reinigungszyklus der MF-Module immer dann durchgeführt wird, wenn der Transmembran-druck einen vorgegebenen Wert übersteigt, der gleich dem für die jeweils zu filtrierende Flüssigkeit hinsichtlich ihres analytischen Erscheinungsbildes optimalen Transmembran-druck gewählt wird. Dieser Wert wird bei der Filtration von Bier auf vorzugsweise 1,5 bar eingestellt. Die Mikrofiltrationsanlage ist mit mehreren in Reihe und parallel geschalte-ten MF-Modulen 5, einer Einrichtung zur Reinigung der MF-Module 5 und mit einer Meßeinrichtung 3 zur Erfassung des Transmembran-drucks ausgestattet, die an eine Steuer-einrichtung 7 angeschlossen ist, die jeweils bei Erreichen des vorgegebenen Transmembran-drucks den Filtrationsvor-gang unterbricht und den Reinigungszyklus in Gang setzt.



REST AVAILABLE COPY

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 01. 95 408 082/352

11/33

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Suspensionen wie Bier, mittels MF-Modulen, bei dem sich Filtrationszyklen und Reinigungszyklen abwechseln, wobei während der Filtration der Transmembrandruck laufend gemessen wird. Die Erfindung betrifft auch eine Mikro-Filtrationsanlage mit mehreren in Reihe und parallel geschalteten MF-Modulen, einer Einrichtung zur Reinigung der MF-Module und mit einer Meßeinrichtung zur Erfassung des Transmembrandrucks.

Obwohl das Filtrationsverfahren auf jegliche Flüssigkeiten anwendbar ist, steht die Klärung von Würze, Jungbier oder abgelagertem Bier im Vordergrund der Erfindung.

Die Filtration von Bier stellt in der Brauerei einen wichtigen Verfahrensschritt dar, um das Produkt den Verbrauchererwartungen gemäß zu produzieren. Hierzu wird heutzutage die Kieselgur- und Schichtenfiltration eingesetzt, die jedoch den Nachteil hat, daß bei diesem Prozeß in erhöhtem Maße zu entsorgende Filterhilfsmittel anfallen. Dies betrifft im wesentlichen die verwendete Kieselgur, deren Verbrauch weltweit bei ca. 150 000 t pro Jahr liegt. Der zu entsorgende Kieselgurschlamm hat einen Trockensubstanzgehalt von nur etwa 20 bis 25%, so daß die zu entsorgende Kieselgurschlamm-Menge mindestens das Vierfache der o. g. Tonnage beträgt.

Die Entsorgung des Kieselgurschlammes verursacht große Umweltprobleme. Neben der durch den Kieselgurschlamm verursachten Instabilität der Deponien, stellen insbesondere die austretenden Sickerwässer des Kieselgurschlammes eine große Belastung der Umwelt hinsichtlich ihrer hohen BSB- und CSB-Werte dar.

Schon sehr früh suchte man nach Alternativen zu den traditionellen Klärverfahren. Als eine Alternative ist bereits die Crossflow-Technologie untersucht worden, die sich insbesondere im Weinbereich durchgesetzt hat. Diese Technologie konnte bisher im Brauereibereich noch nicht erfolgreich eingesetzt werden, was vor allem an der geringen spezifischen Flächenleistung und den analytischen Veränderungen des filtrierten Bieres im Verlauf mehrstündiger Filtrationen begründet ist.

Im Weinbereich hat man die Möglichkeit, durch Erwärmen der zu filtrierenden Weine die durchschnittliche Fluxrate bei der Crossflow-Filtration deutlich zu erhöhen, wie dies aus der DE 34 23 594 A1 bekannt ist. Werden die Produkte auf Temperaturen deutlich über 35°C erwärmt, kann die Leistung mit dem Crossflow-Verfahren auf das Doppelte angehoben werden. Diese Maßnahme ist im Bereich der Bierfiltration nicht möglich, da das Bier bei Temperaturen von -1 bis +3°C filtriert werden muß, damit kältelabile Substanzen, wie z. B. bestimmte Proteine nicht in Lösung gehen, welche später bei den Konsumenten eine Trübung des Bieres bewirken.

Die Bierfiltration gestaltet sich aufgrund der besonderen Inhaltsstoffe erheblich schwieriger als z. B. die Weinfiltration. Bier enthält neben groben dispersen Teilchen, wie z. B. Hefen, oder eventuell vorhandenen Bierschädlingen, noch kolloidale Bestandteile. Hierbei handelt es sich in erster Linie um hochmolekulare Verbindungen von Proteinen mit Kohlenhydraten, Gerbstoffen und Hopfenharzen. Als dritte Inhaltsstoffgruppe sind Proteinkomplexe mit Kohlenhydraten zu nennen, mit einer Teilchengröße < 0,001 µm.

An das Verfahren der Bierfiltration werden nach G. E. Walla ("Die Crossflow-Mikrofiltration im Brauereibereich", Dissertation an der Technischen Universität München, Lehrstuhl für technische Mikrobiologie und Technologie der Brauerei, 1992, Seite 7) folgende Anforderungen gestellt:

1. Ausreichende chemisch-physikalische Stabilität der Filtrate,
2. keine negativen geschmacklichen Beeinträchtigungen der Produkte durch den Filtrationsprozeß,
3. biologische Stabilität der Filtrate,
4. Glanzfeinheit und blankes Filtrat; Erhaltung des CO₂-Gehaltes.

Eine weitere Anforderung betrifft das chemisch-analytische Erscheinungsbild der Filtrate. Dieses darf nur unwesentlich durch den Filtrationsprozeß beeinflußt werden.

Im Rahmen seiner Untersuchungen stellte Walla fest, daß für die Bierfiltration im Hinblick auf die Inhaltsstoffe der Filtrate ein Transmembrandruck von 1,5 bar als optimal angesehen werden kann (Dissertation Seite 66). Filtratanalysen haben gezeigt, daß der Gehalt an Stammwürze bei einem Transmembrandruck von 1,5 bar im Vergleich zu höheren oder niedrigeren Transmembrandräcken am höchsten liegt.

Ausgehend von dieser Erkenntnis wurde von Walla versucht, unter Beibehaltung eines konstanten Transmembrandruckes von 1,5 bar die Fluxraten zu erhöhen.

Da die Fluxrate durch die sich auf der Membran ausbildende Deckschicht beeinflußt wird, wurde versucht, diese durch periodische Rückspülung zu beseitigen. Dieses Verfahren hat jedoch den Nachteil, daß mit zunehmender Betriebsdauer die Fluxrate auch zu Beginn, also nach der Rückspülung mit Filtrat niedriger liegt, als beim vorhergehenden Zyklus, was dadurch zu erklären ist, daß gewisse Adsorptionseffekte eintreten, die zu einer Blockierung der Membrane in begrenztem Rahmen führen.

Darüber hinaus wurde von Walla (s. Dissertation Seite 83) festgestellt, daß trotz Anwendung einer periodischen Rückspülung insbesondere im Verlauf mehrstündiger Filtration mittels des Crossflow-Verfahrens die Stammwürze, der scheinbare Extrakt, die Dichte sowie die Schaumstabilität in den Filtraten abnimmt. Im Mittel verringerte sich die Stammwürze der Filtrate um durchschnittlich 0,5 Gew.-% ohne periodische Rückspülung und mit periodischer Rückspülung lag die Veränderung noch bei 0,2 Gew.-%. Der Schaumwert nahm ohne periodische Rückspülung um 21 Schaumpunkte ab und bei Anwendung der periodischen Rückspülung lag die Abnahme immerhin noch bei 6 Schaumpunkten.

Eine weitere Möglichkeit, größere Fluxraten zu erzielen, besteht in einer Steigerung der Überströmungsgeschwindigkeiten (s. Walla, Dissertation, Seite 62ff). Aus den Untersuchungen geht eindeutig hervor, daß aber auch eine hohe Überströmungsgeschwindigkeit auf Dauer keine signifikant höhere Fluxrate erbringt. Die mittlere Leistung nach etwa sechs Stunden Filtrationsdauer beträgt selbst bei einer Geschwindigkeit von 6 m/sec, nur noch 35 L/m² · h. Die Ursache hierfür liegt darin, daß selbst bei Anwendung größter Überström-

mungsgeschwindigkeit sich ein Aufbau der Deckschicht auf der Membranoberfläche nicht vollständig vermeiden läßt.

Darüber hinaus trägt die sich aufbauende Deckschicht durch Bildung einer sogenannten Sekundärmembran im wesentlichen auch zum Filtrationsergebnis in der Weise bei, daß die Trennschärfe der eigentlichen Membran größer wird. Dies bedeutet, daß selbst dann, wenn Membranen mit großer nomineller Porengröße verwendet werden, sich eine Deckschicht ausbildet, die weit unter der nominellen Porengröße der Membran liegt, so daß wesentliche Inhaltsstoffe aus dem Bier entfernt werden. 5

Hohe Strömungsgeschwindigkeiten sind aus folgenden Gründen bei der Filtration von Bier jedoch zu vermeiden. Zum einen wird durch die Überströmungspumpen eine enorme Energiemenge in das System eingeschleust, so daß sich die Biere ohne zusätzliche Kühlung sehr schnell erwärmen. Durch die mechanische Belastung der kolloidalen Substanzen im Bier, insbesondere von Glukanen, wird die Filtrierbarkeit der Biere durch das Umpumpen im Crossflow-System durch Gelbildung der β -Glucane ständig schlechter. 10

Aus der DE 39 36 797 C2 ist ein Verfahren zur Abtrennung von Bier aus einem beim Gärverfahren ausgeschleusten Stoffstrom bekannt, bei dem Keramikmembranen eingesetzt werden, da diese im Gegensatz zu Polymermembranen mit Heißwasser sterilisierbar sind. Diese Keramikmembranen werden in großen Zeitabständen mit einer chemischen Reinigungslösung gespült und in mehreren dazwischenliegenden Reinigungsintervallen mit Heißwasser chemikalienfrei rückgespült. Die Reinigungsintervalle werden erst dann durchgeführt, wenn durch die zunehmende Verblockung der Keramikmembrane eine Abnahme des Filtratflusses eingetreten ist. Dadurch besteht auch bei diesem Verfahren die Gefahr, daß eventuell wesentliche Bestandteile der zu filtrierenden Flüssigkeit durch die Deckschicht herausfiltriert werden, die das analytische Erscheinungsbild des Filtrates beeinträchtigen. 15

Aufgabe der Erfindung ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Filtration mittels MF-Modulen bereitzustellen, das bei geringer mechanischer und thermischer Belastung der zu filtrierenden Flüssigkeit eine hohe mittlere Fluxrate ermöglicht, wobei das Filtrat durch die Filtration in seinem analytischen Erscheinungsbild nicht beeinflußt werden soll. 20

Die Aufgabe wird mit einem Verfahren gemäß den Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst. Gegenstand der Vorrichtung ist der Patentanspruch 13. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche. 25

Die Erfindung geht von der Erkenntnis aus, daß es nicht sinnvoll ist, die CMF-Filtration unter Konstanthaltung des für die jeweilige Flüssigkeit optimalen Transmembrandruckes durchzuführen, um sowohl hohe Fluxraten als auch eine hervorragende Filtratqualität zu erzielen. 30

Dementsprechend wird jeder Filtrationszyklus mit einem niedrigen Transmembrandruck begonnen, der im Laufen des Filtrationszyklusses kontinuierlich ansteigt bis ein bestimmter vorgegebener Wert erreicht ist, der vorzugsweise mit dem für die jeweilige Flüssigkeit optimalen Transmembrandruck übereinstimmt. Für Bier wird daher vorteilhafterweise ein Wert von 1 bis 2 bar, vorzugsweise von 1,5 bar vorgegeben. 35

Gegen Ende des Filtrationszyklusses, wenn sich der Transmembrandruck dem vorgegebenen Transmembrandruck nähert, fällt wegen der sich unweigerlich ausbildenden Deckschicht auch die Fluxrate mehr oder weniger stark ab, die jedoch immer noch relativ hoch, in der Regel über 50% des Maximalwertes liegt. 40

Trotz der noch hohen Fluxrate wird dann ein Reinigungszyklus durchgeführt, der vorzugsweise eine alkalische Reinigung mit Anwendung von NaOH, KOH und/oder tensidhaltigem Reinigungsmittel umfaßt. Danach muß noch eine Spülung mit Wasser durchgeführt werden. 45

Vorzugsweise erfolgt vor der alkalischen Reinigung eine Rückspülung mit Wasser. Hierbei empfiehlt es sich, die zu filtrierende Flüssigkeit vor der Wasserrückspülung mittels CO₂-Druckgas aus den MF-Modulen herauszudrücken. Anstelle von CO₂ kann auch N₂-Druckgas eingesetzt werden. 50

Um den Reinigungsprozeß zu beschleunigen, wird vorzugsweise während des Reinigungszyklus eine Überhöhung der MF-Module durchgeführt. 55

Je nach Art der zu filtrierenden Flüssigkeit, insbesondere auch bei Bier, kann vor der Filtration mittels MF-Modulen eine Vorfiltration, beispielsweise mittels eines Separators oder eines Anschwemmfilters durchgeführt werden. 60

Durch den erfindungsgemäßen diskontinuierlichen Filtrationsprozeß wird die sich ausbildende Deckschicht durch die alkalische Schnellreinigung nahezu vollständig wieder entfernt, so daß während der Filtration nur der nominale Membranporedurchmesser als wirksame Trennschicht arbeitet. Die qualitätserhaltenden Bierinhaltsstoffe können so die Membran mühelos permeieren. 65

Wenn das Verfahren zur Filtration von Bier eingesetzt wird, wird das Filtrationsverfahren nach Filtrationszeiten von 1 bis 4 Std. unterbrochen, das Bier aus der CMF-Anlage mit CO₂ herausgedrückt, die Anlage mit Wasser vorgespült und anschließend die alkalische Zwischenreinigung bei Temperaturen von 40–90°C durchgeführt. Nach dem alkalischen Reinigungsvorgang wird die Anlage mit Wasser gespült, welches ebenfalls mit CO₂ aus der Anlage herausgedrückt wird und anschließend wird die Anlage wieder mit Bier gefüllt. Durch diese Verfahrensweise ist es möglich, daß die für die CMF-Technologie typischen hohen Fluxleistungen während der ersten Filtrationsphase zyklisch ausgenutzt werden können. Wendet man die zyklische Reinigung nach 1 bis 4 Stunden an, werden Fluxraten trotz der Filtrationsunterbrechung erzielt, welche um nahezu 100% über den bisher erzielten Fluxraten bei einem kontinuierlichen CMF-Filtrationsprozeß liegen. 70

Wurden im kontinuierlichen CMF-Filtrationsprozeß mit Filtrationszeiten von bis zu 8 Stunden ohne Unterbrechungen im Mittel nur 20 bis 30 L/m² · h erzielt, können mit der neuartigen Verfahrensweise Fluxleistungen von bis zu 100 l/m² · h erreicht werden, und zwar dies bei gleicher Zeittdauer. 75

Überraschend war, daß die hohen Fluxraten auch mit geringer Überströmungsgeschwindigkeit erzielt wurden. Vorzugsweise liegen die Überströmungsgeschwindigkeiten bei < 2,5 m/s. Der Vorteil der geringen Überströmungsgeschwindigkeiten, die auch den statischen Betrieb der MF-Module mit einschließt, liegt darin, daß die zu filtrierende Flüssigkeit mechanisch und thermisch nur gering belastet wird. 80

Weiterhin war es überraschend, daß das analytische Erscheinungsbild der Biere sich nicht verändert hat. Besonders ein analytisches Merkmal des Bieres, nämlich die Stammwürze, wird nicht beeinflußt. Die Analysenwerte der filtrierten Biere unterscheiden sich nicht von den unfiltrierten Produkten. Auch die Schaumstabilität der Biere wird durch den diskontinuierlichen CMF-Prozeß nicht negativ beeinflußt.

- 5 Die Vorrichtung, die mit allen gängigen Crossflow-Modultypen, vorzugsweise mit Kapillar-Flachmodulen ausgestattet ist, besitzt eine Meßeinrichtung zur Erfassung des Transmembrandruckes. Weiterhin weist die CMF-Filtrationsanlage eine Steuereinrichtung auf, an die die Meßeinrichtung für den Transmembrandruck angeschlossen ist. Die Steuereinrichtung unterbricht jeweils bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandruckes die Filtration und setzt eine Reinigungseinrichtung mit einem vorgegebenen Reinigungsprogramm in
10 Gang. Nach Abschluß des Reinigungszyklusses wird von der Steuereinrichtung die Filtration forgesetzt. Zweckmäßigerweise steuert die Steuereinrichtung die entsprechenden Ventile in den Leitungen der CMF-Filtrationsanlage.

Die Steuereinrichtung ist vorzugsweise zur Eingabe eines vorgegebenen Transmembrandruckes ausgebildet, so daß jeweils die für die jeweilige zu filtrierende Flüssigkeit optimalen Transmembrandrücke vorgegeben werden können.

15 Die MF-Module besitzen vorzugsweise Membranen mit einer nominalen Porengröße von 0,2 bis 5 µm. Als Membrane werden vorzugsweise Polymermembranen eingesetzt. Der Einsatz von Polymer- oder Metallvliesen ist ebenfalls möglich.

20 Beispielhafte Ausführungsformen der Erfindung werden nachfolgend anhand der Zeichnungen erläutert.
Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung der Filtrationsanlage,

Fig. 2 ein Diagramm, in dem die Fluxrate und der Transmembrandruck in Abhängigkeit von der Zeit für ein Bier A aufgetragen ist,

Fig. 3 ein der Fig. 2 entsprechendes Diagramm für ein Bier B und

25 Fig. 4 ein der Fig. 2 entsprechendes Diagramm für ein Bier C.

In der Fig. 1 ist eine Mikrofiltrationsanlage dargestellt, die einen Vorlagetank 1 aufweist, aus dem über eine Speisepumpe 2 und zwei Umwälzpumpen 4 in der Zuführleitung 13 das zu filtrierende Bier mehreren parallel geschalteten MF-Modulen 5 zugeführt wird.

Das Konzentrat verbleibt in der Anlage oder aber wird über eine Konzentratleitung 14 abgeführt und das
30 Filtrat wird in einer Filtratleitung 15 gesammelt, die durch ein Ventil 12 geschlossen werden kann. Durch den wahlweisen Betrieb der Umwälzpumpen 4 ist sowohl eine statische als auch eine dynamische Filtration möglich.

Die Mikrofiltrationsanlage weist auch eine Reinigungseinrichtung auf, die im wesentlichen einen Reinigungsbehälter 6 zur Aufnahme des chemischen Reinigungsmittels und des Rückspülwassers aufweist. Dieser Reinigungsbehälter 6 ist über Reinigungsleitung 16 sowie eine Wasserleitung 18 mit der Zuführleitung 13 verbunden. Nach dem Öffnen des Ventils 9 kann das chemische Reinigungsmittel der Speisepumpe 2 zugeführt und somit in
35 die MF-Module 5 gefördert werden.

Ferner ist die Anlage mit Druckmeßeinrichtungen 3 ausgestattet. Die Drücke im Unfiltrat- und Filtratraum werden fortlaufend erfaßt und einer Steuereinrichtung 7 übermittelt. Diese Steuereinrichtung berechnet fortlaufend aus den Einzelwerten den Transmembrandruck und vergleicht ihn mit dem voreingestellten Wert.

40 Beim Erreichen des voreingestellten Transmembrandruckes unterbricht die Steuereinrichtung 7 die Filtration und setzt den Reinigungszyklus in Gang. Zu diesem Zweck ist die Steuereinrichtung mit den Ventilen 8–12, 19–22 und den Pumpen 2, 4 (Verbindung nicht dargestellt) verbunden. Wenn die Filtration unterbrochen wird, wird zunächst zur Entleerung der Anlage Ventil 8 geschlossen und Ventil 20 geöffnet.

Nach dem Leerdrücken der Anlage werden die Ventile 12, 20 und 19 geschlossen sowie die Ventile 21, 18 und
45 22 geöffnet. Nach dem Starten der Speisepumpe 2 werden die MF-Module 5 entgegen der Filtrationsrichtung mit Wasser gespült. Hieran schließt sich die chemische Reinigung der Anlage an. Es werden hierzu die Ventile 22, 21 und 11 geschlossen sowie die Ventile 19, 9 und 10 geöffnet.

Zum Abschluß der chemischen Reinigung wird die Reinigungsflüssigkeit nach Schließen des Ventils 9 und Öffnen von Ventil 11 aus der Anlage verdrängt. Das Wasser wird nach dem Schließen von Ventil 11 und Öffnen
50 von Ventil 20 aus der Anlage entfernt. Nach Abschluß des Reinigungszyklusses werden die Ventile 20 und 10 geschlossen sowie die Ventile 8 und 12 wieder geöffnet.

Mittels der soeben beschriebenen Filtrationsanlage wurden die nachfolgenden Versuche durchgeführt.

Die Filtrationsanlage war mit insgesamt vier Filtrationsmodulen bestückt, die dauerhydrophile Membranen mit einer Porengröße von 0,45 µm enthielten. Die gesamte Membranfläche betrug 20,0 m². Die Überströmungsgeschwindigkeit betrug 2,5 m/s.

Der vorgegebene Transmembrandruck wurde auf 1,7 bar eingestellt und es wurden zwei Filtrationszyklen innerhalb von 7,5 Std. durchgeführt, die durch einen Reinigungszyklus von etwa 1/2 Stunde unterbrochen sind. Das Ergebnis ist in der Fig. 2 dargestellt, in der die Fluxrate und der Transmembrandruck in Abhängigkeit der Zeit dargestellt sind.

60 Der Transmembrandruck beginnt bei etwa 0,25 bar und steigt dann bis zu dem vorgegebenen Transmembrandruck von etwa 1,7 bar an. Sobald dieser Transmembrandruck erreicht ist, wird der Filtrationsvorgang abgeschaltet und der Reinigungszyklus durchgeführt. Wie aus der Fig. 2 zu entnehmen ist, ist die Fluxrate zu Beginn des zweiten Filtrationszyklusses gleich hoch wie zu Beginn des ersten Filtrationszyklusses. Die Fluxrate ist während des ersten Zyklusses über einen Zeitraum von 2 Stunden konstant und fällt dann erst ab, wobei am Ende
65 des ersten Filtrationszyklusses die Fluxrate noch bei 60% des Ausgangswertes liegt. Beim zweiten Filtrationszyklus fällt die Fluxrate bereits nach einer Stunde ab, wird dann aber über einen Zeitraum von etwa 1,5 Stunden konstant gehalten. Die mittlere Fluxrate liegt bei diesem Beispiel bei 75 L/m² · h.

Die Analysenwerte sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt.

Tabelle

I II III IV

Farbe EBC	6,0	6,1	6,0	5,7
pH	4,20	4,21	4,19	4,21
Bitterwert EBC	32	32	32	32
FDM mg/l	88	101	92	101

Extrakt scheinbar %	1,52	1,52	1,52	1,51
Extrakt wirklich %	3,35	3,35	3,37	3,35
Alkohol Gew.-%	4,00	4,00	4,07	4,04
Alkohol Vol.-%	5,08	5,08	5,18	5,13
Stammwürze %	11,18	11,19	11,30	11,17
Vergärungsgrad scheinb. %	86,41	86,42	86,55	86,49
Vergärungsgrad wirklich %	70,07	70,06	70,17	70,11

Brennwert kcal/100 g	41	41	42	42
Brennwert kJ/100 g	173	173	176	174

Schaum nach NIBEM sec	290	310	315	270
-----------------------	-----	-----	-----	-----

Schwefeldioxid mg/l	7	8	8	8
---------------------	---	---	---	---

- I Zentrifuge Auslauf
 II Cross-Flow-Auslauf
 III Cross-Flow-Auslauf (2. Filtrationszyklus)
 IV Stand der Technik/Auslauf-Schichten

Da zusätzlich eine Vorfiltration mittels einer Zentrifuge (in Fig. 1 nicht dargestellt) durchgeführt wurde, sind in der Spalte I die Analysenwerte am Auslauf der Zentrifuge aufgeführt, die somit die Werte des Unfiltrats für die CMF-Filtration darstellen. In der Spalte II sind die Analysenwerte nach dem ersten Filtrationszyklus und in Spalte III nach dem zweiten Filtrationszyklus aufgeführt. Zum Vergleich sind in Spalte IV die Analysenwerte nach der herkömmlichen Filtration mit einem Schichtenfilter zusammengestellt.

Aus dem Vergleich der Zahlenwerte ist zu erkennen, daß z. B. die Farbe EBC besser ist, als nach der Filtration gemäß des Standes der Technik. Der Gehalt der Stammwürze hat sich gegenüber dem Gehalt im Unfiltrat nicht verändert. Die Schaumwerte liegen gegenüber der Spalte IV deutlich höher und sind ebenfalls mit dem Wert des Unfiltrates vergleichbar.

In der Fig. 3 ist ein Diagramm mit drei Filtrationszyklen dargestellt, wobei die Filtration mit einem anderen

Biertyp (Pils-Bier) durchgeführt wurde. Hier lag die mittlere Fluxrate bei 54 L/m² · h. Die Analysenwerte nach den Filtrationszyklen waren mit den aus der Tabelle vergleichbar. Gleches gilt auch für die Fig. 4, aus der die Fluxraten und die Transmembrandrücke bei einem dritten Bier Bierfiltrationsversuch dargestellt sind.

5 Bezugszeichen:

- 1 Unfiltrat
- 2 Speisepumpe
- 3 Meßeinrichtung
- 10 4 Umwälzpumpe
- 5 MF-Module
- 6 Reinigungsbehälter
- 7 Steuereinrichtung
- 8 Ventil Unfiltratzuführleitung
- 15 9 Ventil Reinigungsflüssigkeit
- 10 Ventil Ablauf Filtratseite
- 11 Ventil Wasser
- 12 Ventilfiltrat
- 13 Zuführleitung
- 20 14 Konzentratleitung
- 15 Filtratleitung
- 16 Reinigungsleitung
- 17 Druckgasleitung
- 18 Wasserleitung
- 25 19 Ventil Zufuhr Konzentratraum
- 20 Ventil Druckgas
- 21 Ventil Zufuhr Filtratraum
- 22 Ventil Ablauf Konzentratseite

30

Patentansprüche

1. Verfahren zur Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Suspensionen, wie Bier, mittels MF-Modulen, bei dem sich Filtrationszyklen und Reinigungszyklen abwechseln, wobei während der Filtration der Transmembrandruck laufend gemessen wird, dadurch gekennzeichnet,
- 35 daß der Reinigungszyklus immer dann durchgeführt wird, wenn der Transmembrandruck einen vorgegebenen Wert übersteigt, der gleich dem für die jeweils zu filtrierende Flüssigkeit hinsichtlich ihres analytischen Erscheinungsbildes optimalen Transmembrandruck gewählt wird.
- 40 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der vorgegebene Transmembrandruck so gewählt wird, daß bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandruckes die Fluxrate noch oberhalb ihres halben Maximalwertes liegt.
- 45 3. Verfahren zur Filtration von Bier nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der vorgegebene mittlere Transmembrandruck auf 1 bis 2 bar eingestellt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der vorgegebene Wert des Transmembrandruckes auf 1,5 bar eingestellt wird.
- 50 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Fluxrate zumindest während eines Zeitabschnittes des jeweiligen Filtrationszyklus konstant gehalten wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Reinigungszyklus eine alkalische Reinigung mit Anwendung von NaOH, KOH und/oder tensidhaltigem Reinigungsmittel umfaßt, an den sich eine Spülung mit Wasser anschließt.
- 55 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß vor der alkalischen Reinigung eine Wasserrückspülung erfolgt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die zu filtrierende Flüssigkeit vor der Wasserrückspülung mittels CO₂- oder N₂-Druckgas aus den MF-Modulen herausgedrückt wird.
- 55 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß während des Reinigungszyklusses eine Überströmung der MF-Module durchgeführt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß vor der Filtration mittels MF-Modulen eine Vorfiltration durchgeführt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorfiltration mittels eines Separators oder eines Anschwemmfilters durchgeführt wird.
- 60 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module während der Filtration statisch filtrieren.
13. Mikro-Filtrationsanlage mit mehreren in Reihe und parallel geschalteten MF-Modulen, einer Einrichtung zur Reinigung der MF-Module und mit einer Meßeinrichtung zur Erfassung des Transmembrandruckes, dadurch gekennzeichnet,
- 65 daß die Meßeinrichtung (3) an eine Steuereinrichtung (7) angeschlossen ist, welche jeweils bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandruckes den Filtrationsvorgang unterbricht und den Reinigungszyklus in Gang setzt.

14. Anlage nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuereinrichtung (7) zur Eingabe eines vorgegebenen Transmembrandruckes so ausgebildet ist, daß auch mehrere Filtrationsböcke, welche im wechselseitigen Filtrations- und Reinigungsbetrieb einen kontinuierlichen Filtrationsvorgang gewährleisten, angesteuert werden.

15. Anlage nach einem der Ansprüche 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module (5) Membranen mit einer Porengröße von 0,2 bis 5 µm aufweisen. 5

16. Anlage nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module (5) Polymermembranen, Polymervliese oder Metallvliese aufweisen.

17. Anlage nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module (5) Flach-, Hohlfaser-, Kapillar-, Rohr- oder Spiralwickelmodule sind. 10

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

15

20

25

30

35

40

45

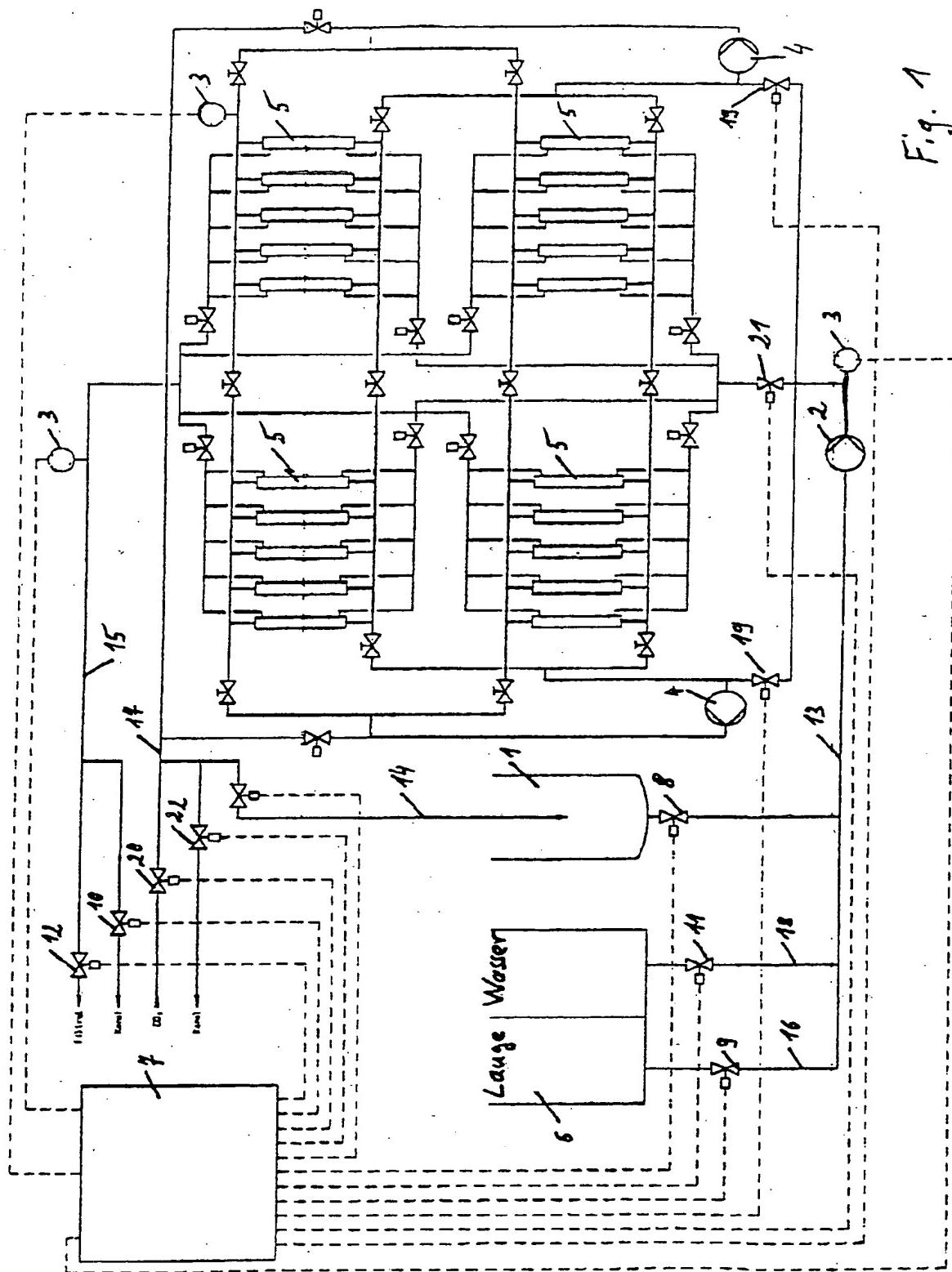
50

55

60

65

- Leerseite -



Filtration von Bier A

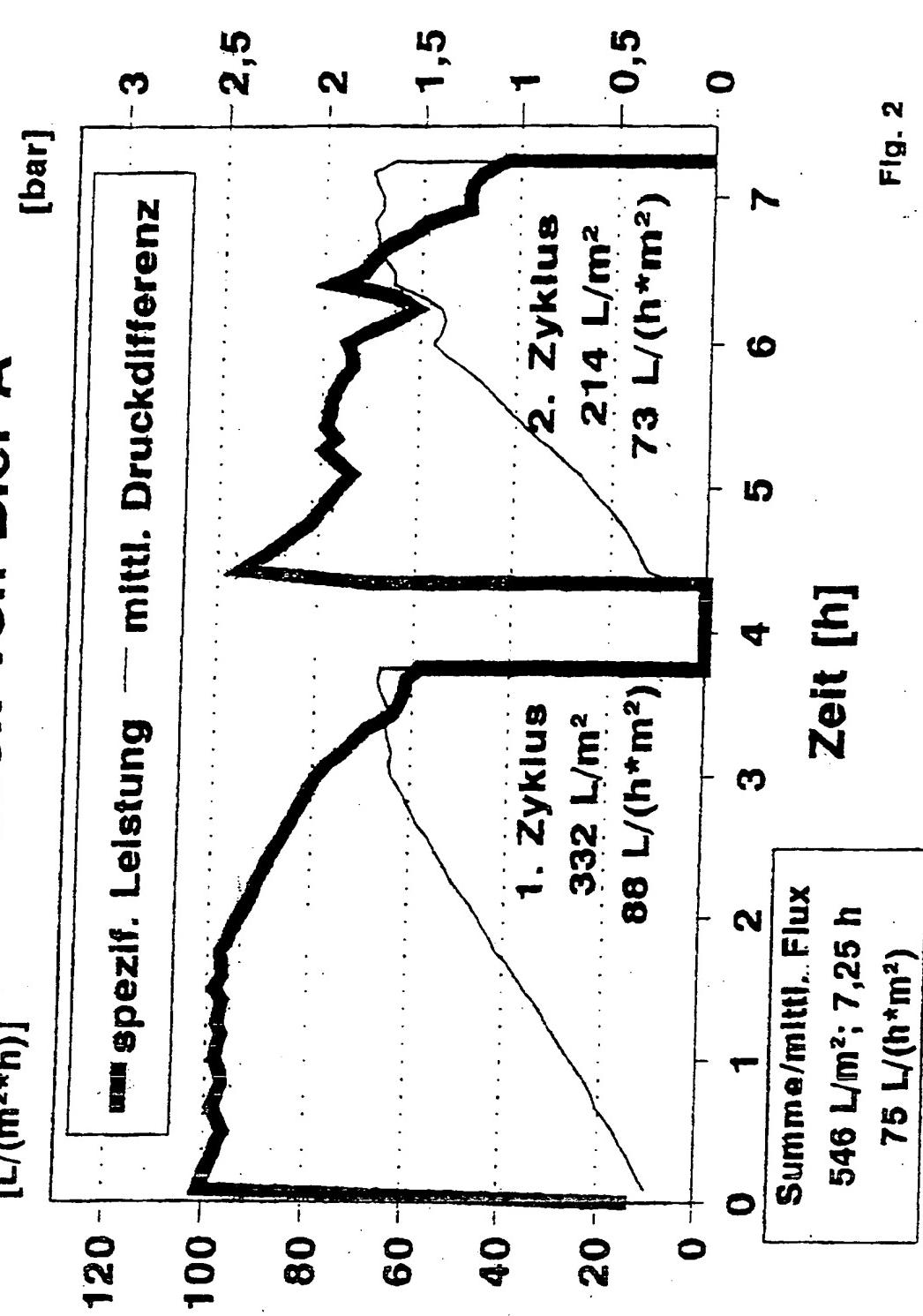


Fig. 2

Filtration von Bier B

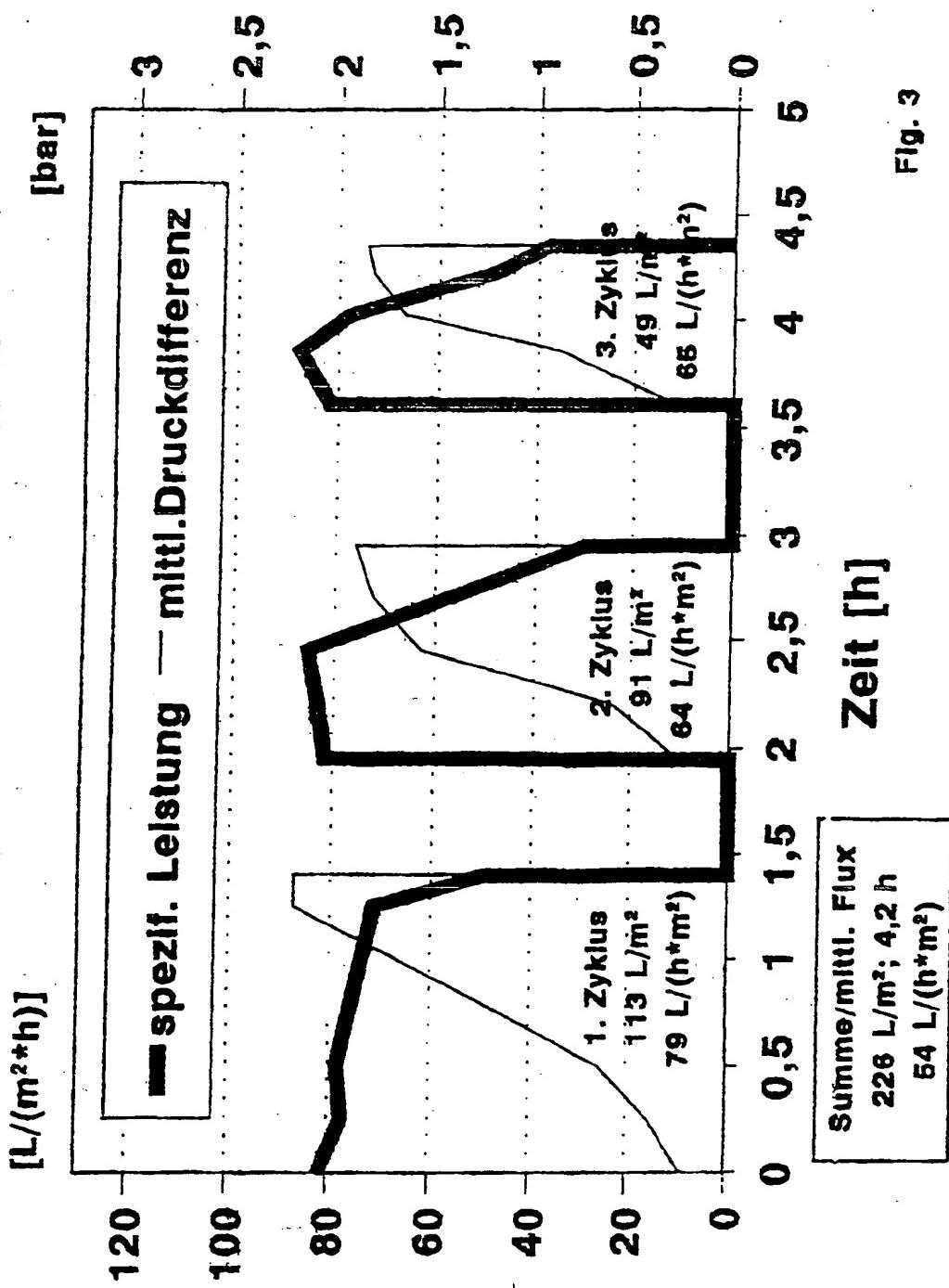


Fig. 3

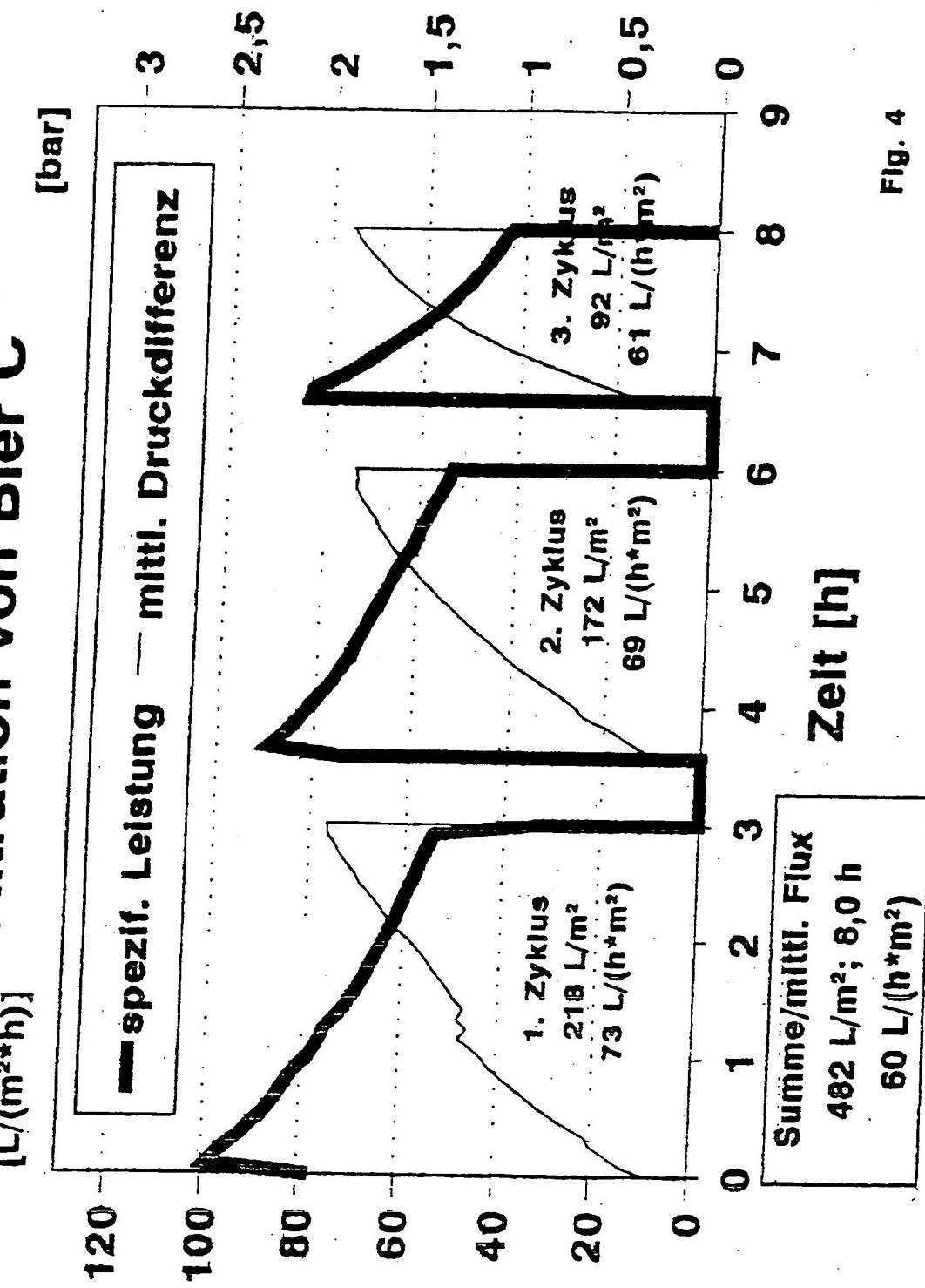
Filtration von Bier C

Fig. 4

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.